

関連製品：ハイブリッドパイロライザー

ハイブリッドパイロライザーの分析例 1 EPDM のハイブリッド分析


 ハイブリッドパイロライザー
JHI-08

Keyword:

熱分解-GC/MS、熱抽出-GC/MS、添加剤分析、ポリマー組成分析

緒言

ハイブリッドパイロライザーとは、高周波誘導加熱方式と抵抗加熱方式の 2 つの加熱方式を兼ね備えた GC/MS 用熱分解装置である。

高周波誘導加熱方式は、試料を急速に加熱できる為、熱分解分析に適している。一方で抵抗加熱方式は温度を自由に設定できる為、昇温時の熱抽出物分析に適している。

ハイブリッドパイロライザー JHI-08 には、この 2 つの加熱方式を組み合わせた「ハイブリットモード」があり、1 試料に対して熱抽出物分析と熱分解分析の 2 つの分析を連続して自動で行う事ができる。

「ハイブリットモード」は、限られた試料からより多くの情報を得ることができ、分析業務の効率化が期待できる。ハイブリットパイロライザー JHI-08 を用いた「ハイブリットモード」による分析事例をご紹介します。

実験

試料 : 未加硫ゴムの EPDM (エチレンプロピレンジエンゴム)

使用機器 : ハイブリッドパイロライザー JHI-08、カラム入口冷却装置 CIC (Option)、GC/MS

分析概要

一連の分析工程を Fig. 1 に示す。ハイブリッドモードでは、以下の全行程が自動で進行する。

第 1 分析として熱抽出-GC/MS 分析を実施し、試料中の残留溶剤、未反応のモノマー及び添加剤等の分析を行った。

第 1 分析終了後、直ちに第 2 分析として熱分解-GC/MS 分析を実施し、ポリマー自体の組成分析を行った。

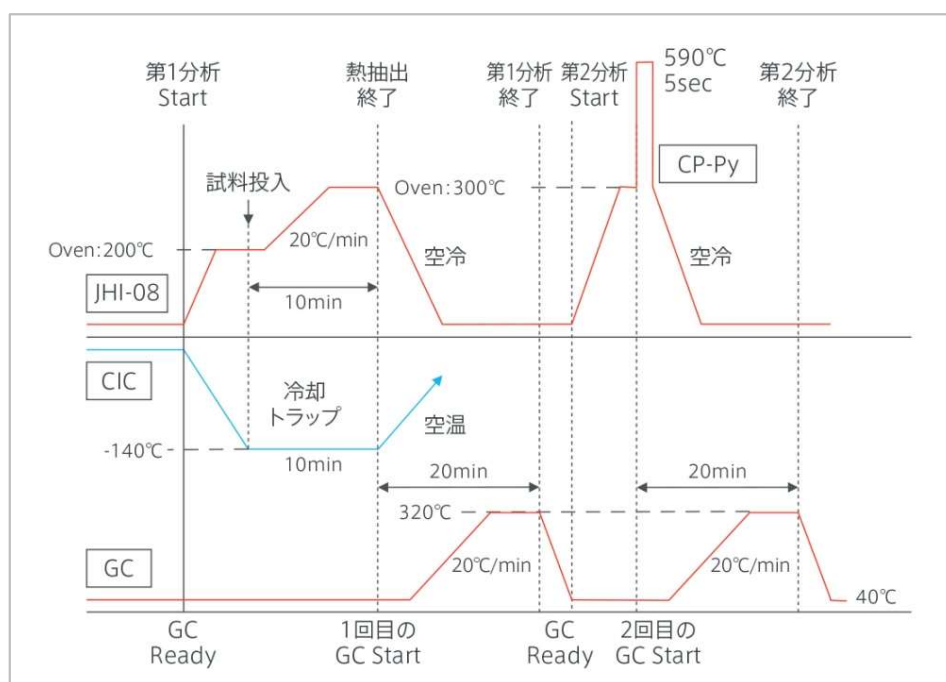


Fig. 1 ハイブリッドモードでの分析工程

結果

第1分析 (熱抽出-GC/MS 分析)

熱抽出温度

200 °C (1 min) > 20 °C/min > 300 °C (4 min)

熱抽出された成分は CIC により -140 °C に冷却されたカラム入口にトラップし、熱抽出及びトラップ終了後、カラムオープン昇温して熱抽出クロマトグラムを得た。(Fig. 2)

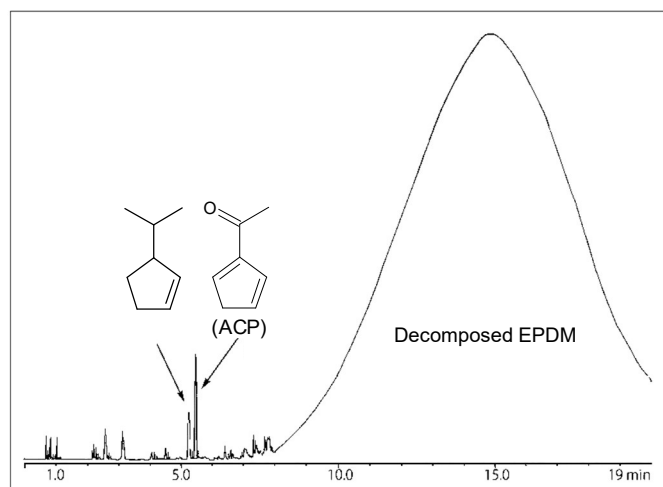


Fig. 2 未加硫ゴム EPDM の熱抽出クロマトグラム

第2分析 (熱分解-GC/MS 分析)

熱分解温度 (パイロヒール)

590 °C (F590)

熱分解-GC/MS 分析にて Fig. 3 のパイログラムを得た。

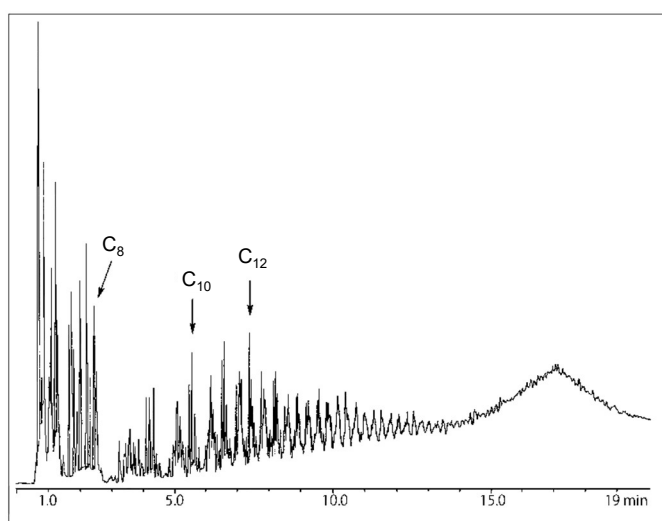


Fig. 3 未加硫ゴム EPDM の 590 °C によるパイログラム

結論・考察

Fig. 3 は、添加剤等を含まない代表的な EPDM のパイログラムを示している。しかし、パイログラムからは第3成分 (ジエン成分) の組成を知ることができない。

Fig. 2 では、アセチルシクロペンタジエン (ACP) 等、第3成分である 5-エチリデン-2-ノルボルネン (ENB) の熱酸化物と思われるものが検出されており、熱抽出-GC/MS 分析によって、EPDM の第3成分が ENB であることが推定される。

本法の詳細につきましては、当社までお問い合わせください。